

А. Ф. Гибадуллина*, Д. Р. Габдрахманова, С. В. Беликов, И. Б. Половов

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
г. Екатеринбург

**Gibadullina.A@gmail.com*,

Научный руководитель – доц., канд. хим. наук *И. Б. Половов*

ИССЛЕДОВАНИЕ НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА VDM® ALLOY C-4 НА СТОЙКОСТЬ К МЕЖКРИСТАЛЛИТНОЙ КОРРОЗИИ

С помощью комплекса различных стандартных методов исследована коррозионная стойкость и склонность к межкристаллитной коррозии никелевого сплава VDM® Alloy C-4. Для проведения испытаний готовили образцы в состоянии поставки, после провоцирующего отжига, после сенсibilизационного старения и последующей термической обработки. Для различных условий определены скорости коррозии.

Ключевые слова: никелевый сплав, межкристаллитная коррозия, термическая обработка.

A. F. Gibadullina, D. R. Gabdrakhmanova, S. V. Belikov, I. B. Polovov

INTERGRANULAR CORROSION TESTING OF NICKEL ALLOY VDM® ALLOY C-4

Corrosion resistance and susceptibility to intergranular attack of nickel-based alloy VDM® Alloy C-4 were studied using a variety of standard techniques. The samples for tests were taken in as received conditions, after provocative heating, and after sensitization, and further heat treatment. The corrosion rates for different conditions were determined.

Keywords: nickel alloy, intergranular corrosion, heat treatment.

В коррозионно-стойких и жаропрочных сплавах на никелевой основе при длительных высокотемпературных выдержках в контакте с расплавленными солями на границах зерен образуются избыточные фазы, инициирующие развитие межкристаллитной коррозии (МКК) [1]. Для определения стойкости никелевых сплавов к МКК проводят тесты согласно стандартам ASTM G28–02 и РД 24.200.15–90; последний основан на ГОСТ 6032–2003 [2; 3]. Испытание материала по РД 24.200.15–90 для исследуемого материала, никельхромомолибденового сплава VDM® Alloy C-4 (UNS N06455), основано на выдержке образцов в кипящем водном растворе сульфата железа и серной кислоты с последующим загибом образцов. Тесты на основе стандарта ASTM G28–02 заключаются в измерении убыли массы образцов и определении их скорости коррозии после кипячения в аналогичном растворе в течение 24 ч.

Для проведения испытаний использовали образцы в состоянии поставки, после провоцирующего отжига, после сенсibilизационного старения и последующей термической обработки. Режим провоцирующего нагрева подбирали исходя из построенной ранее диаграммы «температура – время – сенсibilизация» [4]: восьмичасовая выдержка исследуемых образцов в предварительно нагретой печи при 800 °С позволяет сформировать достаточное количество избыточных фаз в структуре материала. Для проверки эффективности разработанного режима термической обработки материала (отжиг в течение часа при 1100 °С для образцов сортамента «лист» с последующей закалкой на воздухе) готовили специальную партию образцов. Для этого состаренные при 800 °С образцы подвергали термообработке по вышеописанной методике – при этом по данным электронной сканирующей микроскопии обеспечивается полное растворение образующихся вторичных фаз.

Образцы тестируемого сплава *VDM® Alloy C-4* сортамента «лист» толщиной 4 мм размером 20x80 мм изготавливали на автоматическом отрезном станке с автоподачей Discotom-6 при водном охлаждении зоны реза. Тестируемые образцы полировали при помощи наждачной бумаги с зернистостью 220 (средняя крупность зерна – 68 мкм) для снятия окалины и обеспечения идентичного качества поверхности (класс шероховатость $Ra = 0.8$ мкм). В каждом коррозионном тесте использовали по 2 образца. Перед испытанием образцы маркировали ударным клеймом, снимали линейные размеры, обезжиривали спиртом, сушили и взвешивали. Раствор для испытания готовили из расчета 236 мл серной кислоты на 250 мл воды, сернокислородное железо – 25 г. Количество раствора выбирали таким образом, чтобы на каждый 1 см² поверхности образца должно быть не менее 5 мл раствора. Продолжительность испытания в кипящем растворе составила 24 часа. Рабочая установка состояла из конической колбы и вертикально установленного холодильника Аллина, которые расположены на магнитной мешалке с подогревом (рис. 1). Изучаемые образцы были помещены в стеклянные подвесы, фиксируемые на молибденовой проволоке, что позволяло регулировать их положение во время эксперимента.

После каждой серии испытаний один из контрольных образцов изгибали на угол 90° в соответствии с ГОСТ 14019–2003 на испытательной машине *DMA 242 C (NETZSCH)* [5]. Изогнутые образцы исследовали визуально и металлографически согласно ГОСТ 6032–2003 с помощью анализатора фрагментов микроструктуры твердых тел *SIAMS 700* на базе инвертированного микроскопа *OLYMPUS GX71*. В дополнение к заложенным испытаниям по *ASTM G28–02* и РД 24.200.15–90 осуществляли металлографический анализ образцов после коррозионных испытаний с использованием растрового электронного микроскопа *Jeol JSM-6490LV*.

Скорость коррозии определяли по формуле

$$V = (K \cdot W) / (A \cdot T \cdot D),$$

где K – постоянная, учитывающая единицы скорости коррозии;

W – убыль массы, г, с точностью 0,001 г;

A – площадь поверхности, см², с точностью 0,01 см²;

T – время выдержки, ч, с точностью 0,01 ч;

D – плотность, для сплава *VDM® Alloy C-4* ($D = 8.64$ г/см³).



Рис. 1. Фотография экспериментальной установки

Полученные результаты указывают на отсутствие склонности сплава к МКК в состоянии поставки. Скорость коррозии образцов после испытаний, проведенных в соответствии с *ASTM G28–02*, составила $(3,3 \pm 0,1)$ мм/г. На образцах после загиба трещин обнаружить не удалось. Микроструктура образцов после испытаний была идентична исходной.

Скорость коррозии образцов после провоцирующего отжига увеличилась примерно на 30 % и составила $(4,2 \pm 0,1)$ мм/г. На изогнутых образцах трещины также обнаружены не были, однако общий вид образца после изгиба отличался от такового для состояния поставки (рис. 2): вследствие снижения пластических свойств угол загиба после снятия нагрузки уменьшился. Кроме того, на состаренных образцах электронной микроскопией было выявлено выпадение избыточных фаз по границам зерен (рис. 3), что указывает на распад аустенитной структуры сплава при этих условиях. Таким образом, выявленные факты указывают на склонность к МКК материала *VDM® Alloy C-4* после провоцирующего отжига в течение 8 ч при 800 °С.

Образцы, подвергнутые термообработке после провоцирующего нагрева, показали удовлетворительные результаты: скорость коррозии

уменьшилась до $(3,1 \pm 0,1)$ мм/г., трещин и избыточных фаз (рис. 4) обнаружено не было, что подтверждает адекватность выбранного режима термической обработки.



Рис. 2. Образцы из сплава *VDM® Alloy C-4* в состоянии поставки (слева) и после провоцирующего отжига (справа), испытанные на склонность к МКК с последующим изгибом

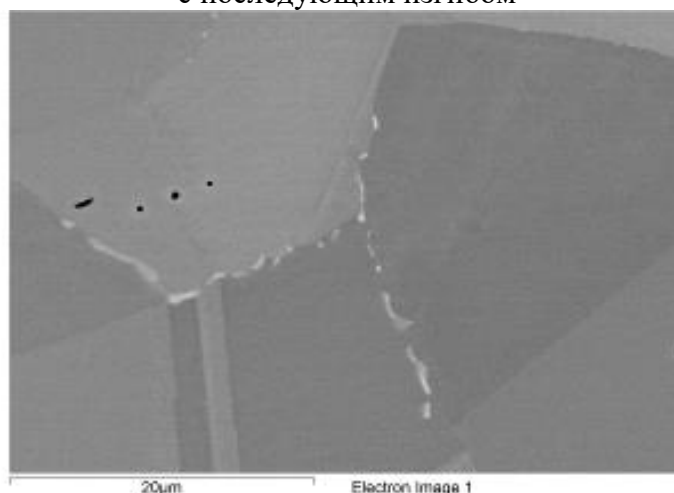


Рис. 3. Микроструктура образцов сплава *VDM® Alloy C-4*, подвергнутых провоцирующему отжигу, после коррозионных тестов

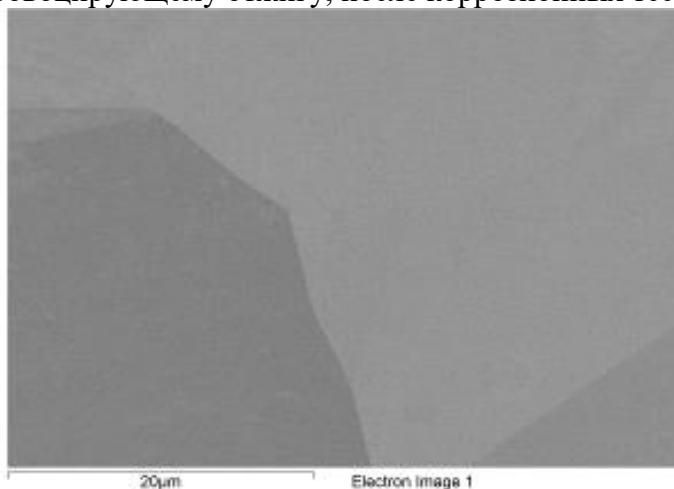


Рис. 4. Микроструктура образцов сплава *VDM® Alloy C-4*, подвергнутых сенсбилизационному старению, после термической обработки ($1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 ч, закалка на воздухе) и коррозионных испытаний

ЛИТЕРАТУРА

1. Corrosion of corrosion-resistant and high-temperature nickel-based alloys in chloroaluminate melts / A. V. Abramov [et al.] // ECS Transactions. 2014. Vol. 64. P. 217–226.
2. ГОСТ 6032–2003. Стали и сплавы коррозионно-стойкие. Методы испытаний на стойкость к межкристаллитной коррозии. М. : Стандартиформ, 2008. 27 с.
3. ASTM G28–02. Standard Test Methods for Detecting Susceptibility to Intergranular Corrosion in Wrought, Nickel-Rich, Chromium-Bearing Alloy. West Conshohocken, PA: ASTM International. 2015. 7 p.
4. Разработка режимов термической обработки сплава VDM Alloy C-4 для последующего использования в высокотемпературных и коррозионно-активных средах / А.Ф. Гибадуллина [и др.] // Тез. докл. III Междунар. молодеж. научн. конф.: Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2016. Екатеринбург : УрФУ 2016. С. 476–478.
5. ГОСТ 14019–2003. Материалы металлические. Метод испытания на изгиб. М. : Стандартиформ, 2006. 11 с.